

## 明 細 書

### 粉体の処理方法と処理装置および粉体の製造方法

#### 技術分野

- [0001] 本発明は、医薬品や食品、化粧品などに用いられる粉体の処理方法と処理装置および粉体の製造方法に関し、さらに詳しくは、粉体を気流に乗せて移動させる際に、この粉体が処理装置の壁面に固着することを防止した、処理方法と処理装置および粉体の製造方法に関する。

#### 背景技術

- [0002] 従来、粉体を気流に乗せて移動させる処理方法として、例えば気流式粉碎や気流輸送、気流乾燥、粉体捕集などの処理方法がある(例えば、特許文献1参照。)。これらの粉体の処理方法にあつては、装置の壁面に粉体が付着する現象を生じることが知られている。この粉体付着が、ファンデルワールス力や静電引力、粉体表面の濡れ等を原因とする、一般的な凝集付着現象である場合は、予備乾燥、帯電防止、パルスエアーや壁面への衝撃・振動付与、壁面の表面処理や壁面材質の変更により、比較的容易に付着を防止でき、或いは付着物を除去することができる。
- [0003] しかしながら、粉体をジェットミル等の気流式粉碎装置で微粒状に粉碎する場合や、例えば15〜30m/秒程度の高速で粉体を輸送する場合には、これらの粉体が壁面への衝突によりこの壁面に強固に固着する場合があります、さらにこの固着した粉体上にさらに他の粉体が衝突して固着し、壁面の付着物が成長していく場合がある。
- これらの固着物が増加すると、その分、粉体の回収効率が低下するうえ、これらの固着物は壁面への固着力が強く、例えばハンマー等で壁面に強い衝撃や振動を加えても容易に除去できないばかりか、この衝撃により壁面を損傷する恐れもある。
- [0004] 上記の粉体がこれらの粉体処理装置の壁面に固着し成長していくと、輸送通路や粉碎室の内部空間が狭くなり、粉碎処理や輸送処理などを適正に実施できなくなる問題がある。特に粉碎装置にあつては、壁面への固着の増加とともに粉碎が不十分となり、処理速度が低下するうえ、粉碎開始直後に比べて粒子径が大きくなったり、未粉碎粒子が増加したりする問題がある。また、上記の付着物が成長したのち壁面

から剥がれ落ちると、大きな塊状の異物となって粉体に混入する問題もある。

さらに、壁面への固着の際に粉体に熱が加わり、処理前の粉体に比べて得られた粉体の結晶化度が低下したり、類縁物質の含有量が増加したりする虞もある。

[0005] 上記の粉体の壁面への固着を防止するため、気流速度を低下させることも考えられる。しかし、気流速度を低下させるだけでは粉体の壁面への固着を十分に防止できない場合があり、また、粉体処理の効率が低下するばかりか、粉砕処理などでは粉体を十分に微粒化できなくなる惧れもある。

また、上記の壁面材質には、一般にはステンレス等の金属材料やセラミックス材料が用いられるが、粉体の壁面への固着を防止する方法として、固着発生部分の壁面材質をフッ素樹脂等の比較的軟らかな有機材料とする方法も考えられる。しかし壁面材質を軟らかくすると、例えば粉体が硬い場合などには、この部分の表面材料が磨耗する虞があり、その磨耗物が不純物として処理済みの粉体に混入する虞がある。

[0006] そこで、従来は、上記の固着物を除去するため、処理装置の運転を停止して分解し、壁面に固着した粉体を適切な洗浄液で溶解洗浄する、メンテナンス作業が行われている。しかしながら、これらのメンテナンス作業は極めて煩雑であるうえ、粉体処理を頻繁に中断する必要があり、処理効率を高めることが容易でなかった。

特許文献1：特開平9-206620号公報

## 発明の開示

### 発明が解決しようとする課題

[0007] 本発明は上記の問題点を解消し、粉体を気流に乗せて移動させる際に、この粉体が処理装置の壁面に固着することを防止した、粉体の処理方法と処理装置および粉体の製造方法を提供することを技術的課題とする。

### 課題を解決するための手段

[0008] 本発明は上記課題を解決するために、例えば、本発明の実施の形態を示す図1から図3に基づいて説明すると、次のように構成したものである。

即ち、本発明1は粉体の処理方法に関し、粉体処理装置(1・21)内で粉体を気流に乗せて移動させる粉体の処理方法であって、粉体が衝突する壁面(12)を、当該粉体の軟化開始温度近傍以上で、且つ粉体の融解温度よりも低温に加温することを特徴

とする。

[0009] また、本発明2は粉体の処理装置に関し、粉体を気流に乗せて移動させる粉体の処理装置であって、粉体が衝突する壁面(12)に沿って加熱手段(13・29)を設け、この壁面(12)を当該粉体の軟化開始温度近傍以上で、且つ粉体の融解温度よりも低温に加熱することを特徴とする。

[0010] 本発明3は粉体の製造方法に関し、粉体を粉体処理装置(1・21)内で気流に乗せて移動させる処理を伴う粉体の製造方法であって、上記の粉体処理装置(1・21)内の粉体移動空間に臨む壁面のうち、処理中の粉体が固着しやすい易固着面を、当該粉体の軟化開始温度近傍以上で、且つ粉体の融解温度よりも低温に加熱しておき、処理前の粉体をこの粉体移動空間内に導入し気流に乗せてこの粉体移動空間内を移動させることを特徴とする。

[0011] 気流に乗って高速で移動する上記の粉体は、壁面に衝突するとそのエネルギーが変換されて発熱し、粉体の表面が軟化して壁面に付着する。上記の発熱は、この付着した粉体の周囲を流れる気流に奪われるので、そのままでは、上記の軟化した粉体の表面が急速に冷却されて固化し、これにより粉体が壁面に強固に固着すると考えられる。

しかし、本発明では、上記の壁面が粉体の軟化開始温度の近傍以上に加熱されているため、上記の粉体の壁面に付着している部分は軟化状態が維持される。しかも、壁面温度は粉体の融解温度よりも低温であり、粉体が熔融したり大きく変形したりすることがない。この結果、この粉体に高速の気流の圧力が加わったり、気流とともに移動する他の粉体が突き当たったりすると、壁面から簡単に剥がれると考えられる。

[0012] なお、上記の加熱温度は粉体の融解温度よりも低温であるので、この加熱により粉体が熔融したり大きく変形したりする惧れはないが、粉体への加熱による影響を少なくするため、できるだけ低温に設定するのが好ましい。

[0013] ここで、上記の粉体の軟化開始温度とは、例えば島津製作所製フローテスト CFT-500型などを用いて、測定装置のセルに粉体を充填したのち、充填層を上部から約4.9MPaで加圧しながら、昇温速度3°C/minで40°Cから300°Cに加熱した場合に、充填層の体積が減少を開始する温度を言う。また、上記の軟化開始温度の近傍

とは、上記の軟化開始温度に対し、 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 程度の範囲をいう。

[0014] 上記の気流を構成する気体は特定の種類に限定されず、一般的な粉体処理用の気体を用いられ、空気を用いてもよいが、窒素ガスやその他の不活性ガスを用いると粉体に与える影響が少なく、より好ましい。

[0015] 上記の粉体は、特定の形状や粒径のものに限定されないが、軟化開始温度が低いものは壁面への衝突時の発熱で容易に軟化し易く、また、引張強度が高いものは付着した壁面から剥がれ難いことから、これらの粉体に好適である。例えば、約4.9MPaの加圧下における上記の軟化開始温度が約 $100^{\circ}\text{C}$ 以下の粉体や、上記の引張強度が約0.5MPa以上の粉体は、壁面への付着を生じ易いので、本発明が好適に適用される。

[0016] なお、上記の引張強度の測定には種々の試験法があるが、ここでは室温下での圧裂引張試験における引張強度を採用している。具体的には、粉体150mgを100MPaの加圧で直径8.0mmの錠剤状に圧縮成形した成型物を試料とし、ジャーナル オブ ファーマシューティカル サイエンスーズ (Journal of Pharmaceutical Sciences) 59巻 No. 5, 687-691頁に報告されている試験方法に準じて、引張強度が測定される。

[0017] 但し、上記の粉体は、通常、融点が $50^{\circ}\text{C}$ 以上のものが用いられ、好ましくは $150^{\circ}\text{C}$ 以上のように融点が比較的高く、熱に対して安定したものが用いられる。

また、上記の粉体は、特定の分野に用いられる粉体に限定されないが、例えば医薬品や食品、化粧品などの分野の、結晶性有機化合物に好適である。

なお、上記の粉体が結晶性粉体の場合は、結晶水を有する結晶やその複数種類が混合され或いは混晶化した結晶性粉体も含む。

これらの粉体は、高分子量のものであってもよいが、例えば医薬品や食品、化粧品などに用いられる粉体のように、分子量が1000以下の比較的低分子のものが好ましい。

[0018] 上記の粉体処理装置により処理された粉体は、例えばこの粉体処理装置へ投入された粉体の98.0重量%以上、好ましくは99.0重量%以上、より好ましくは99.5重量%以上が回収される。

この場合、上記の粉体は、上記の粉体処理装置へ投入された粉体の98.0重量%

以上、好ましくは99.0重量%以上、より好ましくは99.5重量%以上が処理前の粉体と同程度の結晶化度を有した処理済み粉体として回収され、これにより、製造プロセス全体の高生産性と品質の維持が容易となる。

また、上記の粉体は、上記の粉体処理装置へ投入された粉体の98.0重量%以上、好ましくは99.0重量%以上、より好ましくは99.5重量%以上が処理前の粉体と同程度の平均粒子径を有した処理済み粉体として回収され、これにより、上記と同様、製造プロセス全体の高生産性と品質の維持が容易となる。

[0019] 上記の粉体処理装置は、粉体を気流に乗せて移動させる装置であればよく、特定の装置に限定されないが、例えば、気流式粉体粉碎装置や、粉体輸送装置、粉体捕集装置、粉体乾燥装置などが好適であり、気流式粉碎装置としては、ジェットミル等の旋回流型粉碎機や、衝突板粉碎機等の衝突型粉碎機、カウンタージェットミル等の流動層型粉碎機などを挙げることができる。

なお、上記の粉体処理装置の粉体移動空間に臨む壁面は、適用される粉体に悪影響を与えない材質で形成してあればよく、通常、ステンレス鋼などの金属材料やセラミックス材料などで形成されるが、使用する粉体や使用条件等によっては、壁面やその表面をフッ素樹脂などの合成樹脂材料で形成してもよいことは言うまでもない。

[0020] 上記の粉体処理装置の壁面に沿って付設される加熱手段は、例えば電気ヒータなど、壁面を所定の温度に加温できるものであればよく、特定の加熱手段に限定されないが、この壁面は高速の気流と接触して冷却されるため、温水や熱水、加圧水蒸気、減圧水蒸気などの熱媒体が供給されるジャケットまたは配管路で構成すると、供給熱量が大きく、壁面を所定温度に容易に維持できるので、より好ましい。

[0021] 上記の本発明3の粉体の製造方法において、処理前の粉体が結晶性粉体であり、製造された粉体の結晶化度は、例えば処理前の粉体の結晶化度からの減少率が2.5%以内、好ましくは2.0%以内、より好ましくは1.0%以内にされる。これにより、処理後の粉体の保存安定性の維持が容易となり、特にこの減少率が2.0%以内であれば、処理前後の品質変化はほとんど無いといえる。

また、製造された粉体に含まれる総類縁物質および不純物は、処理前の粉体に比べて例えばその含有率の増加が0.2重量%未満、好ましくは0.1重量%未満、より好

ましくは0.05重量%未満にされる。これにより処理による品質の低ドを抑えることができ、特にこの増加率が0.1重量%未満であれば安全性や毒性への影響を抑えることができる。

また、製造された粉体の平均粒子径は、処理前の粉体の平均粒子径に比べてその増加率が1.5%以内、好ましくは1.0%以内、より好ましくは0.5%以内にされる。これにより処理後の篩い分け等の操作が簡略化でき、特にこの増加率が1.0%以内であれば処理後の篩い分け等の操作を省略することができる。

なお、上記の類縁物質とは、上記の処理前の粉体から分解や変質等により生じた、この処理前粉体と類縁関係にある物質をいう。

### 発明の効果

[0022] 本発明は上記のように構成され作用することから、次の効果を奏する。

[0023] (1) 粉体が装置の壁面に衝突して壁面に付着しても、この壁面は粉体の軟化開始温度の近傍以上に加温されているため、高速で移動する気流の圧力や、この気流とともに移動する他の粉体の衝突により、壁面から簡単に剥がれてしまい、この粉体が壁面に強固に固着することが防止される。しかも、壁面温度は粉体の融解温度よりも低温であるので、粉体が溶融したり大きく変形したりすることがない。この結果、従来は頻繁に必要とされていた、壁面に固着した粉体を除去するための洗浄処理などが不要となり、メンテナンス作業を簡単にすることができる。また、粉体を乗せる気流速度を低下させることなく長時間の連続運転が可能となるうえ、粉体の処理空間を大きく維持できるので、粉体処理効率を高くすることができる。

[0024] (2) 粉体が壁面へ強固に固着することが防止されるので、この粉体処理装置へ投入された粉体に対し、処理済み粉体の回収効率を大幅に向上することができる。

[0025] (3) 粉体処理中に、壁面との衝突に起因して、例えば融解温度以上などへ過剰に加熱されることが防止されるので、結晶化度の低下を抑制した粉体を製造できる。また、上記の過熱による分解や変質の発生が低減され、しかも壁面を軟らかい材質で形成する必要がないので、壁面の磨耗に起因した不純物の混入が防止されることから、得られた粉体に含まれる総類縁物質および不純物の含有量を少なくすることができる。さらに、例えば粉体を輸送する場合等において、粉体が壁面に付着して大きな

塊に成長することが抑制されるので、処理前の粉体に比べて平均粒子径の増加を抑制した粉体を製造することができる。

- [0026] (4) 処理装置が、気流に乗せた粉体を積極的に移動空間に臨む壁面へ衝突させて粉砕する粉体粉砕装置である場合、衝突面の加温により粉体の固着を効果的に防止できるので、衝突相対速度を例えば300m/秒以上のように大きくすることができる。この結果、粒子径が例えば2 $\mu$ m以下の微粒子を得ることができ、粉体が医薬品の場合には原薬の乾燥粉砕が500nmまで可能となるので、吸収性や溶解性等に優れた医薬品を製造することができる。

#### 図面の簡単な説明

- [0027] [図1]ジェットミルに適用した本発明の第1実施形態を示す、一部破断平面図である。  
[図2]第1実施形態の、ジェットミルの一部破断側面図である。  
[図3]気流式輸送装置に適用した本発明の第2実施形態を示す、概略構成図である。

#### 符号の説明

- [0028] 1…粉体処理装置(ジェットミル)  
12…壁面  
13…加熱手段(熱媒体ジャケット)  
21…粉体処理装置(気流式輸送装置)  
29…加熱手段(スチームトレス)

#### 発明を実施するための最良の形態

- [0029] 以下、本発明の実施の形態を図面に基づき説明する。

図1と図2は本発明を気流式粉体粉砕装置であるジェットミルに適用した第1実施形態を示し、図1はジェットミルの一部破断平面図、図2はジェットミルの一部破断側面図である。

- [0030] 図1と図2に示すように、この粉体処理装置であるジェットミル(1)は、有底筒状のミル本体(2)と、その上部に蓋される蓋体(3)とを備え、ミル本体(2)の内部に粉砕室(4)が形成してある。上記のミル本体(2)の周側面には、粉砕室(4)の外周部に向けて粉体を噴射供給する粉体供給ノズル(5)と、高圧窒素ガスを噴射する複数のガス噴射ノズル

ル(6)とが設けてあり、このガス噴射ノズル(6)には窒素ガス供給路(7)が接続してある。

なお、この実施形態ではミル本体の周側面に4個のガス噴射ノズルを設けたが、例えば6個など、任意の個数のガス噴射ノズルを設けることができる。また、このガス噴射ノズルから供給される高圧ガスは、窒素ガスに限定されず、粉体に影響を及ぼさない範囲で空気など他のガスを用いてもよい。

[0031] 上記の粉体供給ノズル(5)には、粉体供給用ホッパー(8)の下部が接続してあり、この粉体供給用ホッパー(8)の下部に粉体供給用ガス供給路(9)が連結され、このガス供給路(9)に粉体供給用の窒素ガスが供給される。

また、上記の粉砕室(4)の中央部上方には排気口(10)が形成してあり、この排気口(10)に排気路(11)が接続してある。

[0032] 上記のミル本体(2)と蓋体(3)の肉壁内には、粉砕室(4)の周囲の壁面(12)に沿って、加熱手段として熱媒体ジャケット(13)が形成してあり、所定温度の加温用水蒸気が熱媒体供給路(14)から供給され、ジャケット(13)内を通過して熱媒体排出路(15)から排出される。なお、この実施形態では熱媒体として加温用水蒸気を用いたが、温水や熱水、油など他の熱媒体を用いてもよい。また、加熱手段として電気ヒータなど他の加熱装置を用いることも可能である。

[0033] 次に、上記のジェットミルを用いて粉体を微粒状に粉砕する手順について説明する。

最初に、上記の粉体供給用ホッパー(8)内に粉砕対象となる粉体が収容される。この粉体としては、例えば、軟化開始温度が48℃、融解温度が235℃、引張強度が1.4MPaであり、平均粒子径が50～数百 $\mu\text{m}$ の結晶性粉末医薬品が用いられる。

[0034] 上記の粉体は、粉体供給用ガス供給路(9)に供給される窒素ガスにより粉体供給用ホッパー(8)の下部から取り出され、粉体供給ノズル(5)から粉砕室(4)内へ高速で噴射供給される。この粉砕室(4)内へは、ガス噴射ノズル(6)から高圧窒素ガスが、例えば100～300m/秒の高速度で噴射されており、この窒素ガスによる高速の旋回気流が粉砕室(4)内に形成されている。このため、この粉砕室(4)内へ供給された上記の粉体は、この高速の旋回気流に乗って粉砕室(4)内を移動し、互いに衝突して粉砕さ



れる。そして、例えば、数 $\mu\text{m}$ の粒径に細かく粉砕された微粉末は、上記の排出口(10)から排出路(11)へ窒素ガス流に乗って排出され、粉砕が不十分で粒子径が大きいものは、遠心力で粉砕室(4)の周辺部を移動してさらに粉砕が継続される。

[0035] 上記の粉砕室(4)の壁面(12)に沿って形成された前記のジャケット(13)には、例えば50℃程度に調整された低圧水蒸気からなる加温用水蒸気が案内してあり、従って、この壁面(12)は粉体の軟化開始温度である48℃よりも僅かに高い温度に加温してある。

[0036] 上記の粉砕処理は、長時間に亘って効率よく良好に実施され、得られた粉体も均一に粉砕されていた。そして粉砕処理を終了したのちジェットミル(1)の蓋体(3)を取り外して粉砕室(4)の内部を確認したところ、この粉砕室(4)の壁面(12)には粉体が全く固着していなかった。

これに対し、上記と比較するため、上記のジャケット(13)への加温用水蒸気の供給を停止した以外は同じ条件で同じ種類の粉体を粉砕処理したところ、粉砕効率が徐々に低下した。そして、粉砕終了後にジェットミルの蓋体を取り外して内部を確認したところ、粉砕室の壁面に粉体が強固に固着していた。

[0037] 次に、粉体固着確認用の実験機を作成し、壁面への粉体の固着が防止されることを確認する実験を行った。即ち、この実験機の衝突発生室にジェットノズルから圧縮空気を音速で噴出し、この圧縮空気の気流中に、上記と同じ粉体を供給分散させ、この粉体を分散させた気流を、表面温度が40〜60℃に加温された機壁に衝突させた。その後、この実験機の系内を通過した粉体を下流のバッグフィルターにて回収し、空気はフィルターを通して大気中へ放出した。この実験方法により、上記の粉体を約50g処理したが、上記の衝突機壁の壁面への付着量割合は0g/m<sup>2</sup>と、粉体の固着は認められなかった。

[0038] これに対し、比較対照実験として、上記の衝突機壁の表面温度を室温以下とし、上記と同じ粉体を上記と同様に圧縮空気の気流中に供給分散させ、この気流を上記の機壁に衝突させた。なお、他の条件は上記の実験例と同様とした。その結果、この比較対照実験では、上記の衝突機壁への付着量割合は87.4g/m<sup>2</sup>と、粉体の固着が見られた。

[0039] 図3は本発明を気流式輸送装置に適用した第2実施形態を示す、概略構成図である。

図3に示すように、この粉体処理装置である気流式輸送装置(21)は、空気で粉体を輸送する輸送路(22)を備えており、この輸送路(22)の上流端にエアフィルタ(23)が付設され、下流端がサイクロン(24)に連結され、このサイクロン(24)に吸引用ブロア(25)が接続してある。そして、上記の輸送路(22)の上流部に粉体供給用ホッパー(26)が接続してあり、また、上記のサイクロン(24)の下部に粉体受取用ホッパー(27)が設けてある。

[0040] 上記の輸送路(22)の屈曲部(28)の周囲と上記のサイクロン(24)の周囲には、それぞれ加熱手段として銅管からなるスチームトレス(29)が螺旋状に巻きつけてあり、保温材(30)で覆ってある。この各スチームトレス(29)の一端は加温用水蒸気供給源(31)に接続してあり、他端にはスチームトラップ(32)が設けてある。

[0041] 次に、上記の気流式輸送装置(21)により、調味料の原料粉末からなる粉体を輸送する場合について説明する。

この輸送される粉体は、例えば、軟化開始温度が61℃で、融解温度が300℃の第1原料と、軟化開始温度が84℃で、融解温度が175℃の第2原料の、等量混合物からなる。但し、本発明では他の種類の粉体を単体で或いは混合して用いてもよいことはいうまでもない。

[0042] 上記の吸引用ブロア(25)を駆動すると、その吸引力により空気が輸送路(22)内に上記のエアフィルタ(23)を通して吸引される。この吸引された空気は輸送路(22)内に空気を形成し、上記のサイクロン(24)に流入して旋回流となったのち、上記の吸引用ブロア(25)から大気中に排出される。

[0043] 上記の粉末調味料からなる粉体を上記の粉体供給用ホッパー(26)内に収容しておき、この供給用ホッパー(26)の下部から、粉体を所定量ずつ上記の輸送路(22)内へ供給する。これにより、この粉体は上記の空気流に乗って上記のサイクロン(24)内へ案内される。このときの輸送条件としては、例えば粉体の質量流量比は10〜20 kg-powder/kg-gasに設定され、流速は15〜30m/秒に設定される。そして上記のサイクロン(24)に達した粉体は、このサイクロン(24)内で旋回する空気流と分離して落

下し、下方に位置する上記の受取用ホッパー(27)内に受け止められて収容される。

[0044] 上記の空気流に乗って移動する粉体は、少なくともその一部が上記の輸送路(22)の屈曲部(28)の内面やサイクロン(24)の内周面に衝突する。しかし、この屈曲部(28)やサイクロン(24)の周壁は、上記のスチームトレス(29)内に案内される加温用水蒸気で、粉体の軟化開始温度近傍よりも高い所定温度、例えば100℃程度に加温されている。このため、この部分で壁面に衝突した粉体は速やかに壁面から剥離し、この部分に固着することがない。この結果、上記の粉体輸送は、長時間に亘って効率よく実施することができ、また、処理前粉体と同程度の結晶化度及び平均粒子径を有する粉体として、上記の気流式輸送装置(21)に投入した粉体の99.8重量%を回収することができた。

[0045] なお、比較のため、上記の加温用水蒸気による加温を中止した状態で、それ以外は同じ条件で同じ種類の粉体を空気輸送したところ、上記の屈曲部やサイクロンの内面に粉体が強固に固着し、このため、輸送装置を頻繁に分解し洗浄する必要を生じた。またこの場合に、処理前粉体と同程度の結晶化度及び平均粒子径を有する粉体の回収率は、気流式輸送装置に投入した粉体の97.0重量%程度であった。

[0046] 上記の輸送装置は輸送用の気体として空気を用いたが、本発明では窒素ガスなど他の気体を用いてもよい。また、上記の壁面を加熱する熱媒体として加温用水蒸気を用いたが、温水や熱水など他の熱媒体を用いてもよく、さらに加熱手段としては電気ヒータなど他の加熱手段を用いることも可能である。

[0047] 次に、上記の気流式輸送装置(21)を用いた移動処理を伴う粉体の製造方法について説明する。

原料となる処理前粉体として、例えば軟化開始温度が48℃、融解温度が235℃、結晶化度が69.0%、平均粒子径が4.9  $\mu\text{m}$ 、引張強度が1.4MPa、総類縁物質および不純物の含有量が0.42重量%の、医薬品の結晶化粉体を用いた。但し、本発明では他の種類の粉体を単体で、或いは複数種を混合して用いてもよいことは言うまでもない。

[0048] 上記の処理前粉体を上記の粉体供給用ホッパー(26)内に収容しておき、この供給用ホッパー(26)の下部から、粉体を所定量ずつ上記の輸送路(22)内へ供給する。こ

れにより、この処理前粉体は上記の空気流に乗って上記のサイクロン(24)内へ案内される。このときの輸送条件としては、例えば粉体の質量流量比は10ー20 kg-powder/kg-gasに設定され、流速は15ー30m/秒に設定される。そして上記のサイクロン(24)に達した粉体は、このサイクロン(24)内で旋回する空気流と分離して落下し、下方に位置する上記の受取用ホッパー(27)内に受け止められて収容される。

[0049] 上記の空気流に乗って移動する粉体は、少なくともその一部が上記の輸送路(22)の屈曲部(28)の内面やサイクロン(24)の内周面に衝突する。しかし、この屈曲部(28)やサイクロン(24)の周壁は、上記のスチームトレス(29)内に案内される加温用水蒸気で、粉体の軟化開始温度近傍よりも高い所定温度、例えば100℃程度に加温されている。なお、本発明において加温する箇所は、加温しない場合に移動中の粉体が衝突して固着しやすい易固着面であれば特に限定されず、例えば、気流式の輸送装置や粉砕機に粉体を供給するためのエジェクター装置内の、ガスと粉体の混合物が衝突接触する部分の機壁に発生する固着の防止にも有効である。

[0050] 上記に加温された部分で壁面に衝突した粉体は速やかにこの壁面から剥離し、この部分に固着することがない。この結果、上記の受取用ホッパー(27)内に回収された粉体は、結晶化度が69.0%、平均粒子径が4.9  $\mu$ m、引張強度が1.4MPa、総類縁物質および不純物の含有量は、0.45重量%であった。即ち、得られた粉体は、前記の処理前の粉体に比べて、結晶化度の減少が皆無であり、平均粒子径の増加も無かった。また、この得られた粉体において、処理前粉体の総類縁物質および不純物の含有量の増加は0.03重量%であった。

[0051] 比較のため、上記の加温用水蒸気による加温を中止した状態で、且つ、それ以外は同じ条件で、同じ種類の処理前粉体を使用して粉体を製造したところ、上記の屈曲部(28)やサイクロン(24)の内面に粉体が強固に固着した。そして、受取用ホッパー(27)内に回収された粉体は、結晶化度が67.0%、平均粒子径が5.0  $\mu$ m、引張強度が1.4MPaであり、処理前の粉体に比べて結晶化度が3%減少し、平均粒子径が2%増加していた。

[0052] なお、上記の輸送装置は輸送用の気体として空気を用いたが、本発明では窒素ガスなど他の気体を用いてもよく、また、上記の壁面を加熱する熱媒体として加温用水

蒸気を用いたが、温水や熱水など他の熱媒体を用いてもよく、さらに加熱手段としては電気ヒータなど他の加熱手段を用いることも可能であることは、上述のとおりである。

- [0053] 上記の第1実施形態や第2実施形態では、医薬品や食品の粉体を用いたが、本発明に適用される粉体はこれらに限定されず、化粧品の粉体や他の分野に用いられる粉体であってもよい。

#### 産業上の利用可能性

- [0054] 本発明は、医薬品や食品、化粧品などの結晶性粉体を取り扱う、気流式の粉体粉碎処理や粉体輸送処理、粉体捕集処理、粉体乾燥処理などに好適である。しかし、本発明は、粉体を気流に乗せて移動させる処理であれば、粉体の種類や処理目的、用途がいずれのものであっても、適用できることはいうまでもない。

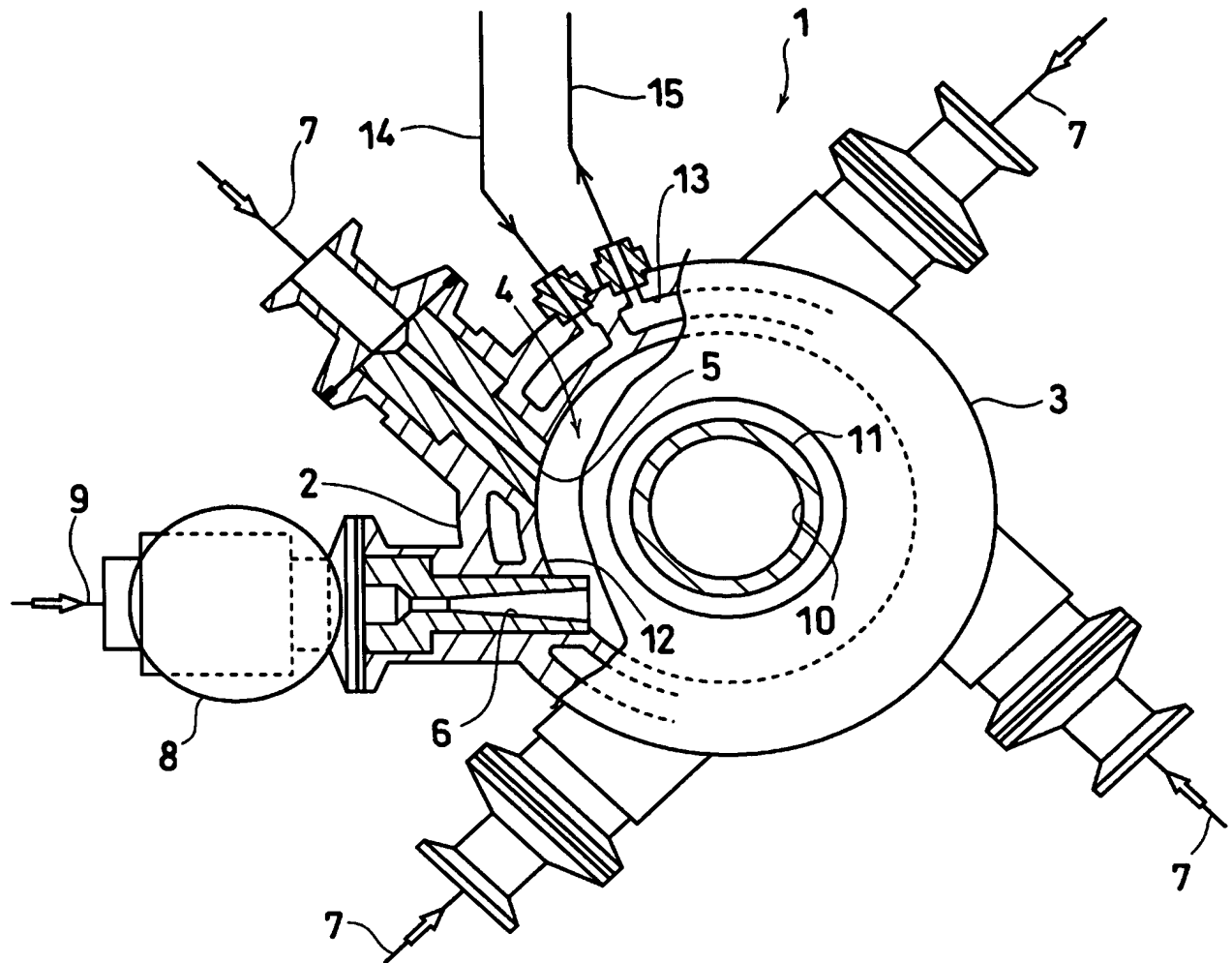
## 請求の範囲

- [1] 粉体処理装置(1・21)内で粉体を気流に乗せて移動させる粉体の処理方法であつて、  
粉体が衝突する壁面(12)を、当該粉体の軟化開始温度近傍以上で、且つ粉体の融解温度よりも低温に加温することを特徴とする、粉体の処理方法。
- [2] 上記の粉体が約0.5MPa以上の引張強度を有する、請求項1に記載の粉体の処理方法。
- [3] 上記の粉体の軟化開始温度が約100℃以下である、請求項1または請求項2に記載の粉体の処理方法。
- [4] 上記の粉体処理装置(1・21)へ投入された粉体の98重量%以上を、この粉体処理装置(1・21)で処理された処理済み粉体として回収する、請求項1に記載の粉体の処理方法。
- [5] 上記の粉体処理装置(1・21)へ投入された粉体の98重量%以上を、処理前の粉体と同程度の結晶化度を有した処理済み粉体として回収する、請求項4に記載の粉体の処理方法。
- [6] 上記の粉体処理装置(1・21)へ投入された粉体の98重量%以上を、処理前の粉体と同程度の平均粒子径を有した処理済み粉体として回収する、請求項4に記載の粉体の処理方法。
- [7] 上記の粉体が、医薬品、食品、及び化粧品のいずれかの結晶性有機化合物である、請求項1から6のいずれか1項に記載の粉体の処理方法。
- [8] 上記の粉体処理装置(1・21)が、粉体粉碎装置、粉体輸送装置、粉体捕集装置、粉体乾燥装置のいずれかである、請求項1から7のいずれか1項に記載の粉体の処理方法。
- [9] 粉体を気流に乗せて移動させる粉体の処理装置であつて、  
粉体が衝突する壁面(12)に沿って加熱手段(13・29)を設け、この壁面(12)を当該粉体の軟化開始温度近傍以上で、且つ粉体の融解温度よりも低温に加温することを特徴とする、粉体の処理装置。
- [10] 上記の加熱手段(13・29)を、熱媒体が供給されるジャケットまたは配管路で構成した

、請求項9に記載の粉体の処理装置。

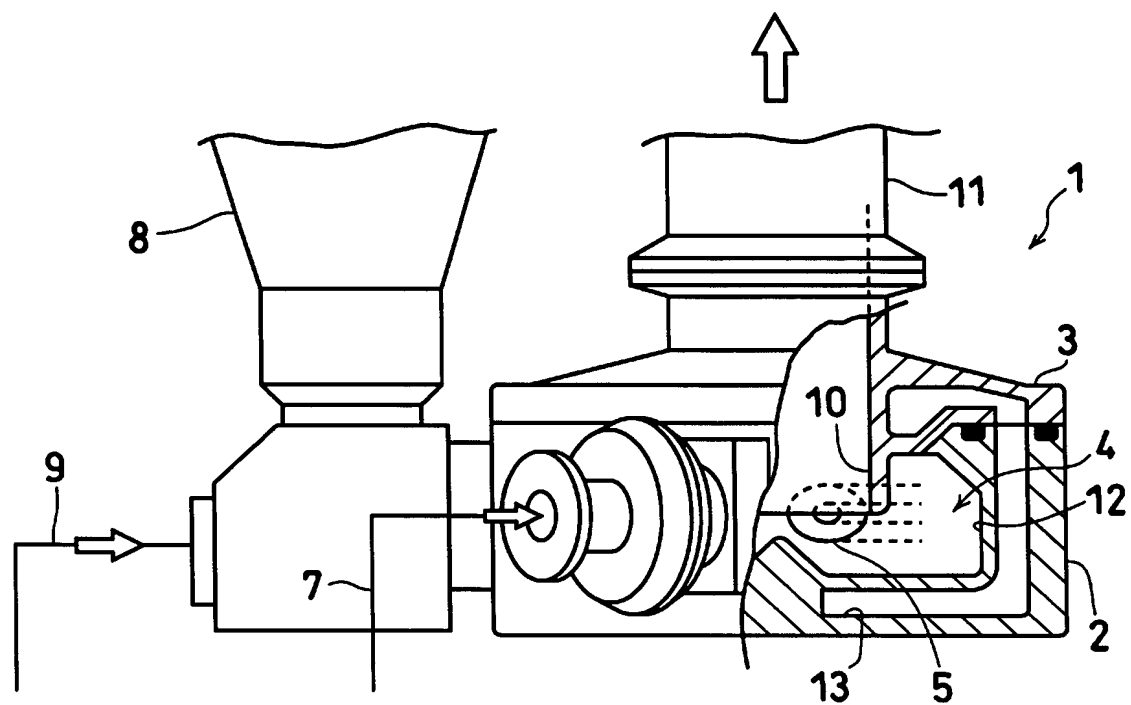
- [11] 上記の粉体処理装置(1・21)が、粉体粉碎装置、粉体輸送装置、粉体捕集装置、粉体乾燥装置のいずれかである、請求項9または請求項10に記載の粉体の処理装置。
- [12] 粉体を粉体処理装置(1・21)内で気流に乗せて移動させる処理を伴う粉体の製造方法であって、  
上記の粉体処理装置(1・21)内の粉体移動空間に臨む壁面のうち、処理中の粉体が固着しやすい易固着面を、当該粉体の軟化開始温度近傍以上で、且つ粉体の融解温度よりも低温に加温しておき、処理前の粉体をこの粉体移動空間内に導入し、気流に乗せてこの粉体移動空間内を移動させることを特徴とする、粉体の製造方法。
- [13] 上記の処理前の粉体が結晶性粉体であり、上記の粉体移動空間内での移動により、当該処理前の結晶性粉体の結晶化度からの減少率が2.5%以内の結晶化度を有する粉体を製造する、請求項12に記載の粉体の製造方法。
- [14] 上記の粉体移動空間内での移動により、上記の処理前の粉体に比べて上記の粉体の総類縁物質および不純物の含有率の増加が0.2重量%未満である粉体を製造する、請求項12に記載の粉体の製造方法。
- [15] 上記の粉体移動空間内での移動により、上記の処理前の粉体に比べて平均粒子径の増加率が1.5%以内の平均粒子径を有する粉体を製造する、請求項12に記載の粉体の製造方法。

[図1]

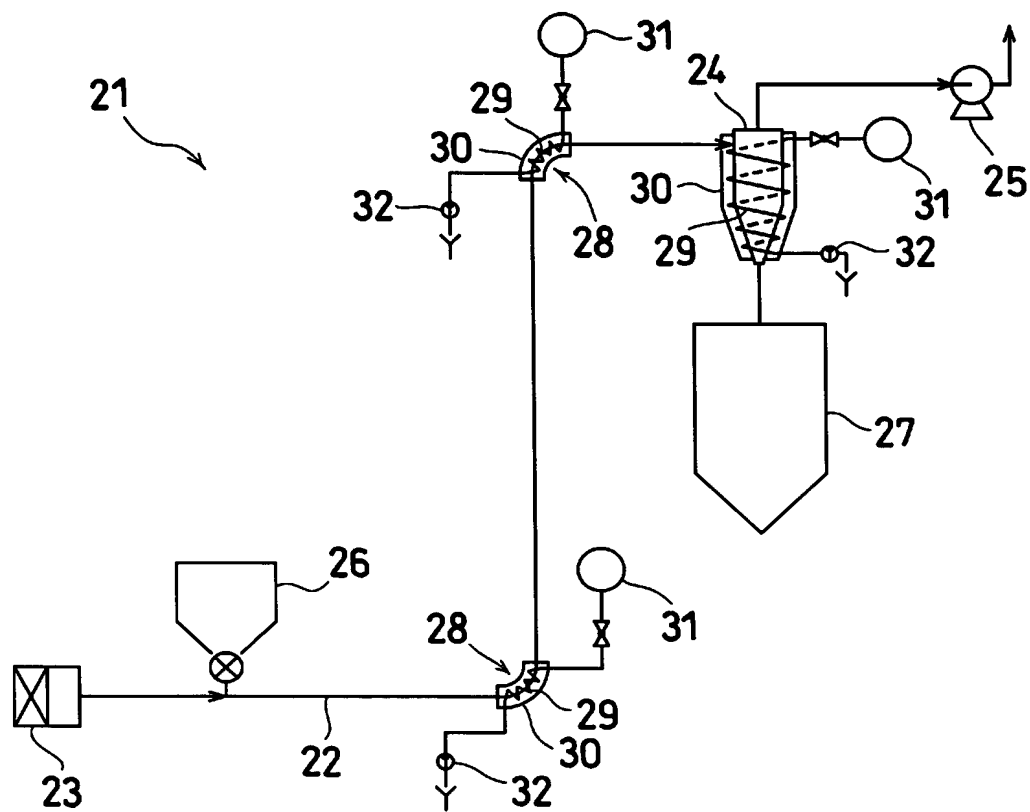




[図2]



[図3]



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/010192

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> B02C19/06, B65G53/52

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> B02C19/06, B65G53/52

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-233787 A (Hosokawa Micron Corp.), 20 August, 2002 (20.08.02), (Family: none)	1-15
A	JP 2002-40710 A (Dainippon Ink And Chemicals, Inc.), 06 February, 2002 (06.02.02), (Family: none)	1-15
A	JP 2-75526 A (ULVAC Japan Ltd.), 15 March, 1990 (15.03.90), (Family: none)	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
28 September, 2004 (28.09.04)

Date of mailing of the international search report  
19 October, 2004 (19.10.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> B02C 19/06, B65G 53/52

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> B02C 19/06, B65G 53/52

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2004年
日本国登録実用新案公報	1994-2004年
日本国実用新案登録公報	1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	J P 2002-233787 A (ホソカワミクロン株式会社) 20.08.2002 (ファミリーなし)	1-15
A	J P 2002-40710 A (大日本インキ化学工業株式会 社) 06.02.2002 (ファミリーなし)	1-15
A	J P 2-75526 A (日本真空技術株式会社) 15.03.1990 (ファミリーなし)	1-15

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

28.09.2004

国際調査報告の発送日

19.10.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

黒石 孝志

3-F

9527

電話番号 03-3581-1101 内線 3351